

06.10.2004

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

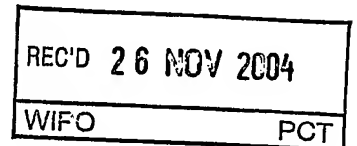
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日  
Date of Application: 2003年10月 7日

出願番号  
Application Number: 特願2003-347904  
[ST. 10/C]: [JP 2003-347904]

出願人  
Applicant(s): 株式会社NEOMAX

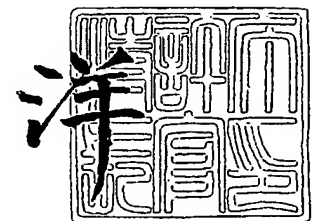


PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年11月11日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小川



【書類名】 特許願  
【整理番号】 SS03235A  
【提出日】 平成15年10月 7日  
【あて先】 特許庁長官 殿  
【国際特許分類】 H05K 1/05  
B32B 15/08  
C08G 73/10

【発明者】  
【住所又は居所】 大阪府吹田市南吹田 2 丁目 1 9 番 1 号 住友特殊金属株式会社  
吹田製作所内  
【氏名】 菊井 文秋

【発明者】  
【住所又は居所】 大阪府吹田市南吹田 2 丁目 1 9 番 1 号 住友特殊金属株式会社  
吹田製作所内  
【氏名】 森下 暁夫

【発明者】  
【住所又は居所】 大阪府吹田市南吹田 2 丁目 1 9 番 1 号 住友特殊金属株式会社  
吹田製作所内  
【氏名】 安岡 正登

【特許出願人】  
【識別番号】 000183417  
【氏名又は名称】 住友特殊金属株式会社

【代理人】  
【識別番号】 100101683  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 奥田 誠司

【手数料の表示】  
【予納台帳番号】 082969  
【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】  
【物件名】 特許請求の範囲 1  
【物件名】 明細書 1  
【物件名】 図面 1  
【物件名】 要約書 1  
【包括委任状番号】 9908800

**【書類名】 特許請求の範囲****【請求項 1】**

金属板と、  
前記金属板の表面上に形成された、針状アルミナ粒子および粒状粒子を含む絶縁膜とを有する、基板。

**【請求項 2】**

前記粒状粒子は、シリカ粒子、MgO粒子、およびTiO<sub>2</sub>粒子のうちの少なくとも1つを含む、請求項1に記載の基板。

**【請求項 3】**

前記粒状粒子はシリカ粒子を含む、請求項2に記載の基板。

**【請求項 4】**

前記針状アルミナ粒子のアスペクト比は6以上15以下の範囲にある、請求項1から3のいずれかに記載の基板。

**【請求項 5】**

前記針状アルミナ粒子の長軸は70nm以上300nm以下の範囲にある、請求項4に記載の基板。

**【請求項 6】**

前記粒状粒子の平均粒径は5nm以上80nm以下の範囲にある、請求項1から5のいずれかに記載の基板。

**【請求項 7】**

前記絶縁膜は、前記針状アルミナ粒子を0.3質量%以上80質量%以下含む、請求項1から6のいずれかに記載の基板。

**【請求項 8】**

前記絶縁膜の厚さは、0.3μm以上3.5μm以下の範囲内にある、請求項1から7のいずれかに記載の基板。

**【請求項 9】**

前記絶縁膜の表面粗さは、0.3μm以下である、請求項1から8のいずれかに記載の基板。

**【請求項 10】**

前記金属板は、Cu、Fe-Ni-Cr合金、Fe-Cr合金、Fe-Ni合金、Fe、または、Alで形成されている、請求項1から9のいずれかに記載の基板。

**【請求項 11】**

前記金属板は、0.05mm以上0.5mm以下の範囲の厚さを有する、請求項1から10のいずれかに記載の基板。

**【請求項 12】**

請求項1から11のいずれかに記載の基板と、  
前記基板の前記絶縁膜の表面上に形成された配線パターンとを備える、配線基板。

**【請求項 13】**

針状アルミナ粒子および粒状粒子を含む分散液を調製する工程と、  
金属板に前記分散液を付与する工程と、  
前記分散液が付与された前記金属板を乾燥させる工程と、  
前記乾燥工程の後に、前記金属板を焼成することによって、前記金属板の表面上に絶縁膜を得る工程とを包含する基板の製造方法。

**【請求項 14】**

前記分散液を付与する工程は塗布法によって行われる、請求項13に記載の基板の製造方法。

**【請求項 15】**

前記分散液のPHは3.5以上5.5以下の範囲に調整されている、請求項13または14に記載の基板の製造方法。

**【請求項 16】**

前記分散液は、蟻酸および酢酸、これらの塩、ならびにアンモニアのうちの少なくとも 1 つを含む、請求項 15 に記載の基板の製造方法。

【請求項 17】

前記分散液において、前記針状アルミナ粒子および前記粒状粒子の合計の濃度は、2 質量%以上から 6 質量%以下の範囲にある、請求項 13 から 16 のいずれかに記載の基板の製造方法。

【請求項 18】

前記粒状粒子はシリカ粒子を含む、請求項 13 から 17 のいずれかに記載の基板の製造方法。

【請求項 19】

前記針状アルミナ粒子のアスペクト比は 6 以上 15 以下の範囲にある、請求項 13 から 18 のいずれかに記載の基板の製造方法。

【請求項 20】

前記粒状粒子の平均粒径は 5 nm 以上 80 nm 以下の範囲にある、請求項 13 から 19 のいずれかに記載の基板の製造方法。

【請求項 21】

前記絶縁膜は、前記針状アルミナ粒子を 0.3 質量%以上 80 質量%以下含む、請求項 13 から 20 のいずれかに記載の基板の製造方法。

**【書類名】 明細書****【発明の名称】 基板およびその製造方法****【技術分野】****【0001】**

本発明は、配線基板に用いられる基板およびその製造方法に関し、特に、ベース基板に金属板を用いた基板およびその製造方法に関する。

**【背景技術】****【0002】**

電子機器の配線基板には、例えば、エポキシ樹脂などを用いた樹脂基板や、セラミック基板、金属ベース基板などが用いられる。金属ベース基板は、樹脂基板やセラミック基板に比べて、強度が高く、機械加工性に優れ、所望の形状を付与しやすいという利点がある。

**【0003】**

金属板は導電性を有するので、ベース基板に金属板を用いる金属ベース基板では、配線パターンは、金属板の表面上に形成された絶縁膜の上に設けられる。金属板の表面に形成される絶縁膜としては、例えばポリイミド膜やポリアミド膜などの有機絶縁膜が挙げられる。

**【特許文献1】 特開平6-104542号公報****【発明の開示】****【発明が解決しようとする課題】****【0004】**

しかしながら、ポリイミド膜やポリアミド膜は耐熱性が低い（例えば耐熱温度350℃）ので、これらの有機絶縁膜が表面に形成された金属ベース配線基板は、用途や加工温度が制限されてしまう。具体的には、例えば、自動車の制御用基板などに用いる場合、500℃以上の耐熱性が求められることがあり、このような場合には上記有機絶縁膜を有する金属ベース配線基板を適用することができない。また、上記有機絶縁膜を有する配線基板は、金属板に絶縁膜を形成した後にプレス加工できない。

**【0005】**

酸化アルミや酸化ケイ素で形成された無機絶縁膜は耐熱性に優れるが、これらの膜は、通常、スパッタリング法を用いて形成され、成膜に長時間要する。具体的には、例えば、スパッタリング法を用いて膜厚0.3μm以上の膜をベース基板表面上に形成するには、10時間以上の成膜時間が必要である。従って、このような成膜方法は、工業上、実用的でない。

**【0006】**

本発明は上記諸点に鑑みてなされたものであり、工業上、実用的な効率で製造できる、金属板の表面上に絶縁性に優れた無機膜が形成された基板を提供することを目的とする。

**【課題を解決するための手段】****【0007】**

本発明の基板は、金属板と、前記金属板の表面上に形成された、針状アルミナ粒子および粒状粒子を含む絶縁膜とを有し、これにより上記の課題が解決される。

**【0008】**

前記粒状粒子は、シリカ粒子、MgO粒子、およびTiO<sub>2</sub>粒子のうちの少なくとも1つを含んでもよい。

**【0009】**

ある好ましい実施形態では、前記粒状粒子はシリカ粒子を含む。

**【0010】**

前記針状アルミナ粒子のアスペクト比は6以上15以下の範囲にあることが好ましい。

**【0011】**

前記針状アルミナ粒子の長軸は70nm以上300nm以下の範囲にあることが好ましい。

## 【0012】

前記粒状粒子の平均粒径は5 nm以上80 nm以下の範囲にあることが好ましい。

## 【0013】

前記絶縁膜は、前記針状アルミナ粒子を0.3質量%以上80質量%以下含むことが好ましい。

## 【0014】

前記絶縁膜の厚さは、0.3  $\mu$ m以上3.5  $\mu$ m以下の範囲内にあることが好ましい。

## 【0015】

前記絶縁膜の表面粗さは、0.3  $\mu$ m以下であることが好ましい。

## 【0016】

前記金属板は、Cu、Fe-Ni-Cr合金、Fe-Cr合金、Fe-Ni合金、Fe、または、Alで形成されていてもよい。

## 【0017】

前記金属板は、0.05 mm以上0.5 mm以下の範囲の厚さを有することが好ましい。

## 【0018】

ある好ましい実施形態では、配線基板は、上記基板と、前記基板の前記絶縁膜の表面上に形成された配線パターンとを備える。

## 【0019】

本発明の基板の製造方法は、針状アルミナ粒子および粒状粒子を含む分散液を調製する工程と、金属板に前記分散液を付与する工程と、前記分散液が付与された前記金属板を乾燥させる工程と、前記乾燥工程の後に、前記金属板を焼成することによって、前記金属板の表面上に絶縁膜を得る工程とを包含し、これにより上記の課題が解決される。

## 【0020】

前記分散液を付与する工程は塗布法によって行われることが好ましい。具体的には、例えば、分散液に金属板を浸漬した後、金属板を引き上げることによって金属板の上に絶縁膜を形成する方法（ディップコート）を用いることができる。

## 【0021】

前記分散液のPHは3.5以上5.5以下の範囲に調整されていることが好ましい。

## 【0022】

前記分散液は、蟻酸および酢酸、これらの塩、ならびにアンモニアのうちの少なくとも1つを含んでいてもよい。

## 【0023】

前記分散液において、前記針状アルミナ粒子および前記粒状粒子の合計の濃度は、2質量%以上から6質量%以下の範囲にあることが好ましい。

## 【0024】

ある好ましい実施形態では、前記粒状粒子はシリカ粒子を含む。

## 【0025】

前記針状アルミナ粒子のアスペクト比は6以上15以下の範囲にあることが好ましい。

## 【0026】

前記粒状粒子の平均粒径は5 nm以上80 nm以下の範囲にあることが好ましい。

## 【0027】

前記絶縁膜は、前記針状アルミナ粒子を0.3質量%以上80質量%以下含むことが好ましい。

## 【発明の効果】

## 【0028】

針状アルミナ粒子および粒状粒子を用いて金属ベース基板上に絶縁膜を形成することにより、工業上、実用的な効率で、金属板の表面上に絶縁性に優れた無機膜が形成された基板を製造できる。

## 【発明を実施するための最良の形態】

## 【0029】

上述したように、従来、工業上実用的な製造方法を用いて、無機絶縁膜を金属板表面上に形成することができなかった。本発明者は、絶縁膜の材料に微細な無機粒子を用い、金属板表面上に無機絶縁膜を形成する方法を検討した。しかしながら、単純に、粒子を用いて絶縁膜を形成しただけでは、絶縁膜にピンホールが形成されてしまうため、高い絶縁性を有する無機膜が得られない。鋭意研究の結果、針状アルミナ粒子と粒状粒子とを組み合わせ、絶縁膜を形成すれば、ピンホールのない、高い絶縁性を有する無機膜が得られることを見出し、本発明に至った。

#### 【0030】

本発明の実施形態による基板は、金属板と、金属板の表面上に形成された、針状アルミナ粒子および粒状粒子を含む絶縁膜とを有する。ここで、針状アルミナ粒子は、長軸と短軸とを有し、針のように細長い形状を有する粒子である。粒状粒子は、針状粒子や鱗片状粒子を含まず、例えば球状粒子や不定形粒子を含む。

#### 【0031】

本発明による実施例の基板の絶縁膜表面の顕微鏡（SEM）写真を図1（a）に示し、その構造を模式的に示す図を図1（b）に示す。

#### 【0032】

この絶縁膜は、針状アルミナ粒子（長軸100nm、アスペクト比10）2と、粒状粒子としてシリカ粒子（球状粒子、平均粒径30nm）4とを含んでいる。この絶縁膜は、針状アルミナ粒子とシリカ粒子とを7：3の質量比で含むように設定されている。

#### 【0033】

図1（a）および（b）に示すように、針状アルミナ粒子によって形成される網目構造の中にシリカ粒子が入り込み、隙間の少ない緻密な構造が形成されていることが分かる。また、絶縁膜中において、針状アルミナ粒子およびシリカ粒子はいずれも均一に分散しており、絶縁膜内のほぼ全体に亘って、上記隙間の少ない緻密な構造が形成されていることが分かる。この基板の絶縁膜は、物理的特性に優れている。具体的には、例えば、基板を折り曲げても金属板から絶縁膜が剥離しにくく、また、耐食性および絶縁性に優れている。また、絶縁膜の材料に粒子を用いているので、粒子分散液を用いて成膜可能であるため、工業的に量産可能である。また、製造方法が容易である。なお、製造方法については後で詳細に説明する。

#### 【0034】

比較のために、針状アルミナ粒子を含まず、シリカ粒子（球状粒子、平均粒径30nm）のみによって形成された絶縁膜の表面の顕微鏡（SEM）写真を図2に示す。絶縁膜が針状アルミナ粒子を含まず、粒状粒子のみによって形成されている場合、図2に示すように、局所的に粒子が抜け落ちたような空隙が形成される。この結果得られる絶縁膜にはピンホールが形成され、十分な絶縁性および耐食性が得られない。

#### 【0035】

なお、図示しないが、針状アルミナ粒子のみによって形成した絶縁膜表面をSEM観察した結果、針状アルミナ粒子の間に隙間が形成されることがわかった。この結果得られる絶縁膜には多数のピンホールが形成され、基板との密着性が悪く、十分な絶縁性および耐食性が得られない。

#### 【0036】

上述したように、針状アルミナ粒子と粒状粒子とを組み合わせれば、針状アルミナ粒子と粒状粒子とによって形成される緻密で均一な微細構造により、絶縁性およびその他の物理的特性に優れた無機膜が得られることが分かる。

#### 【0037】

粒状粒子は、上述したシリカ粒子以外に、例えば、MgO粒子、またはTiO<sub>2</sub>粒子であってもよいし、あるいは、これらを混合して用いることもできる。

#### 【0038】

針状アルミナ粒子のアスペクト比を調整すれば、針状アルミナ粒子および粒状粒子を絶縁膜のほぼ全面に均一に分散できるので、上述したように針状アルミナ粒子と粒状粒子と

によって絶縁膜内のほぼ全体に亘って隙間の少ない緻密な構造を形成できる。具体的には、針状アルミナ粒子のアスペクト比（長軸と短軸との比）は、6以上15以下の範囲内にあることが好ましい。アスペクト比が6未満では、絶縁膜の一部で粒子同士が凝集してしまうという問題が発生する場合があります、15を超えると、針状アルミナ粒子と粒状粒子とが互いに分離してしまうという問題が発生する場合があります。

#### 【0039】

針状アルミナ粒子のアスペクト比だけでなく、針状アルミナ粒子の長軸のサイズや粒状粒子の平均粒径も、絶縁膜内に形成される微細構造に影響を与える。上述したように針状アルミナ粒子と粒状粒子とによって絶縁膜内のほぼ全体に亘って隙間の少ない緻密な構造を形成するには、具体的には、針状アルミナ粒子の長軸が70 nm以上300 nm以下の範囲にあることが好ましい。長軸のサイズが70 nm未満では、粒子同士が凝集するという問題が発生する場合があります。長軸のサイズが300 nmを超えると、粒子間に大きな隙間が形成されて、絶縁膜にピンホールが形成されるという問題が発生する場合があります。また、粒状粒子の平均粒径は、5 nm以上80 nm以下の範囲にあることが好ましい。平均粒径が5 nm未満では、針状アルミナ粒子同士が凝集し、針状アルミナ粒子と粒状粒子とが互いに分離するという問題が発生する場合があります、80 nmを超えると、粒子間に大きな隙間が形成されて、絶縁膜にピンホールが形成されるという問題が発生する場合があります。

#### 【0040】

また、絶縁膜に含まれる針状アルミナ粒子と粒状粒子の含有比率も絶縁膜内に形成される微細構造に影響を与える。上述したように針状アルミナ粒子と粒状粒子とによって絶縁膜内のほぼ全体に亘って隙間の少ない緻密な構造を形成するには、具体的には、絶縁膜に含まれる針状アルミナ粒子は、0.3質量%以上80質量%以下の範囲内にあることが好ましい。針状アルミナ粒子の含有量が80質量%を超えると、針状アルミナ粒子同士が凝集し、針状アルミナ粒子の間に空隙が形成されてしまうことがある。一方、針状アルミナ粒子の含有量が0.3質量%未満では、針状アルミナ粒子を添加した効果が得られず、粒状粒子同士が凝集して粒状粒子の間に空隙が形成されてしまうことがある。

#### 【0041】

金属板には、機械加工によって容易に形状を付与できるように、膜厚が0.05 mm以上0.5 mm以下の範囲内にあるものが好適に用いられる。金属板には、具体的には、例えば、Fe-Ni-Cr合金またはFe-Cr合金などで形成されるステンレス板が用いられる。ステンレス板は、特に、切断面の耐腐食性に優れるという性質を有している。あるいは、金属板は、Fe-Ni合金、Fe、Al、またはCuで形成されていてもよい。Al板を用いれば、例えば軽量であるという利点がある。また、Cu板を用いれば、例えば熱伝導性に優れる利点がある。

#### 【0042】

絶縁膜の厚さは、絶縁膜の耐電圧性を考慮すると0.3  $\mu$ m以上であることが好ましく、より好ましくは、1.0  $\mu$ m以上である。膜厚の上限値は典型的には3.5  $\mu$ mである。

#### 【0043】

本実施形態の基板では、例えば膜厚1  $\mu$ mの絶縁膜を金属板に形成した場合に、金属板の表面粗さと同程度（例えば0.3  $\mu$ m以下）にすることができる。

#### 【0044】

次に、本発明の実施形態による基板の製造方法を説明する。以下の説明では、粒状粒子にシリカ粒子を用いた場合を例示する。

#### 【0045】

本発明の実施形態による基板の製造方法は、（a）針状アルミナ粒子およびシリカ粒子を含む分散液を調製する工程と、（b）金属板に分散液を付与する工程と、（c）分散液が付与された金属板を乾燥させる工程と、（d）乾燥工程の後に金属板を焼成する工程とを包含する。



## 【0046】

この製造方法では、粒子を含む分散液を用いるので、例えば、スパッタリング法を用いる場合よりも高い効率で、金属板の表面上に被膜が形成された基板を製造することができる。また、製造が簡便で製造コストが低い。分散液としては、例えば、水に針状アルミナ粒子およびシリカ粒子を分散させた分散液を用いることができる。

## 【0047】

分散液中の針状アルミナ粒子とシリカ粒子との含有比率は、絶縁膜中の針状アルミナ粒子の含有率が0.3質量%以上80質量%以下の範囲内になるように設定されていることが好ましい。上述した緻密な微細構造を膜全体に亘って均一に形成でき、絶縁膜にピンホールが形成されるのを抑制できるからである。

## 【0048】

さらに、分散液は、針状アルミナ粒子およびシリカ粒子の合計の濃度を2質量%以上から6質量%以下の範囲に設定することが好ましい。この濃度に設定すると、針状アルミナ粒子およびシリカ粒子を良好な状態で分散できるので、表面凹凸の小さい平坦な絶縁膜を形成できる。

## 【0049】

また、分散液中の粒子の分散を安定にするために、分散液のPHを3.5以上5.5以下の範囲に設定することが好ましい。分散液のPHは、例えば、蟻酸および酢酸、これらの塩、ならびにアンモニアのうちの少なくとも1つによって調整される。さらに、針状アルミナ粒子およびシリカ粒子を溶液中により均一に分散させるために、必要に応じて、分散剤を添加してもよい。分散剤としては例えばヘキサメタリン酸ナトリウムを用いることができ、分散液に対する濃度が0.1質量%程度になるように添加する。

## 【0050】

分散液において粒子が均一に分散しているか否かは、例えば、分散液の透過率の時間変化を観察することにより判断される。具体的には、例えば、攪拌直後の分散液と、攪拌後0.5から1時間経過時の分散液との間で、透過率の変化が目視で確認されない場合、分散液中に粒子が均一に分散していると判断される。本実施形態の製造方法では、粒子が均一に分散した分散液を用いた場合、表面凹凸の小さい平坦な絶縁膜（例えば表面粗さ0.3 $\mu\text{m}$ 以下）が得られる。

## 【0051】

金属板に分散液を付与する工程（b）は、塗布法によって行われることが好ましい。製造が簡便で、工業上、実用的だからである。具体的には、例えば、ディップコート法が用いられる。ディップコート法では、分散液に金属ベース板を浸漬した後、金属ベース板を引き上げる速度を調整することによって、得られる絶縁膜の厚さを制御することができる。具体的には、引き上げ速度を速くすると、絶縁膜の厚さを大きくできる。

## 【0052】

乾燥工程（c）は例えば80℃以上120℃以下の範囲の温度条件の下で行われる。また、焼成工程（d）は、450℃以上750℃以下の範囲の温度条件の下で行われる。

## 【0053】

以下、本発明の実施例および比較例を説明する。

## 【0054】

## （実施例1）

以下に説明する方法により、実施例1の基板を作製した。

## 【0055】

針状アルミナ粒子（長軸100nm、アスペクト比10）およびシリカ粒子（球状粒子、平均粒径20nm）の合計濃度が5質量%である水溶液を準備した。この水溶液に酢酸を添加してPHを4.5に調整し、分散液を調製した。なお、針状アルミナ粒子とシリカ粒子との質量比率は、3：7とした。

## 【0056】

FeとCrとの合金で形成された金属板（サイズ50mm×50mm×0.1mm）を

準備した。この金属板の表面粗さ  $R_a$  は  $0.3 \mu\text{m}$  であった。液温を  $30^\circ\text{C}$  に設定した上記分散液に、金属板を 60 秒間浸漬させて、分散液中から金属板を引き上げた（ディップコート法）。金属板を浸漬してから引き上げるまでの間、分散液を攪拌し続けた。引き上げ速度は  $0.3 \text{ m/分}$  とした。

#### 【0057】

分散液が塗布された金属板を乾燥機に入れて  $100^\circ\text{C}$  に加熱し、乾燥させた。このときの膜厚は  $1.2 \mu\text{m}$  であった。乾燥は、金属板に温風をあてて、温度  $100^\circ\text{C}$ 、乾燥時間 1 時間で行った。乾燥後、大気中で焼成させることにより、焼成温度  $550^\circ\text{C}$ 、焼成時間 5 分で焼成した。この焼成条件により、絶縁膜は十分に焼成された。なお、焼成条件は、金属板の絶縁膜の硬度が一定値に達することを基準として設定した。ここでは、焼成時間を 5 分に設定して、 $50^\circ\text{C}$  ずつ異なる温度でそれぞれ焼成したサンプルの硬度を測定し、焼成温度の差が  $50^\circ\text{C}$  の 2 つのサンプルの硬度の差が 2 % 以下となった場合に十分焼成されたと判断した。また、硬度は微小硬度計を用いて測定した。

#### 【0058】

以上により、膜厚  $1.0 \mu\text{m}$  の絶縁膜を得た。絶縁膜中のアルミナの含有量は 31 質量 % であった。なお、絶縁膜中のアルミナの含有量は E P M A を用いて評価した。

#### 【0059】

##### (実施例 2)

以下に説明する方法により、実施例 2 の基板を作製した。

#### 【0060】

針状アルミナ粒子（長軸  $100 \text{ nm}$ 、アスペクト比 10）およびシリカ粒子（球状粒子、平均粒径  $20 \text{ nm}$ ）の合計濃度が 5 質量 % である水溶液を準備した。この水溶液に酢酸を添加して P H を 4.6 に調整し、分散液を調製した。なお、針状アルミナ粒子とシリカ粒子との質量比率は、1 : 9 とした。

#### 【0061】

実施例 1 と同じ金属板を準備した。実施例 1 に記載したのと同じ方法を用いて、金属板の表面に絶縁膜を形成した。なお、分散液の液温は  $30^\circ\text{C}$  に設定し、この分散液に、金属板を 60 秒間浸漬させて、引き上げ速度  $0.3 \text{ m/分}$  で分散液中から金属板を引き上げた。この後、実施例 1 と同じ条件で乾燥させて厚さ  $0.9 \mu\text{m}$  の絶縁膜を形成し、さらに焼成を行った。焼成工程の条件も実施例 1 と同様とした。

#### 【0062】

以上により、膜厚  $0.7 \mu\text{m}$  の絶縁膜を得た。絶縁膜中のアルミナの含有量は 10 質量 % であった。

#### 【0063】

##### (実施例 3)

以下に説明する方法により、実施例 3 の基板を作製した。

#### 【0064】

針状アルミナ粒子（長軸  $80 \text{ nm}$ 、アスペクト比 7）およびシリカ粒子（球状粒子、平均粒径  $30 \text{ nm}$ ）の合計濃度が 3 質量 % である水溶液を準備した。この水溶液に酢酸を添加して P H を 4.7 に調整し、分散液を調製した。なお、針状アルミナ粒子とシリカ粒子との質量比率は、7 : 3 とした。

#### 【0065】

F e と N i との合金で形成された金属板（サイズ  $50 \text{ mm} \times 50 \text{ mm} \times 0.3 \text{ mm}$ ）を準備した。この金属板の表面粗さ  $R_a$  は  $0.2 \mu\text{m}$  であった。実施例 1 に記載したのと同じ方法を用いて、金属板の表面に絶縁膜を形成した。なお、分散液の液温は  $30^\circ\text{C}$  に設定し、この分散液に、金属板を 60 秒間浸漬させて、引き上げ速度  $0.3 \text{ m/分}$  で分散液中から金属板を引き上げた。この後、実施例 1 と同じ条件で乾燥させて厚さ  $0.5 \mu\text{m}$  の絶縁膜を形成し、さらに焼成を行った。焼成工程の条件も実施例 1 と同様とした。

#### 【0066】

以上により、膜厚  $0.4 \mu\text{m}$  の絶縁膜を得た。絶縁膜中のアルミナの含有量は 72 質量

%であった。

【0067】

(実施例4)

以下に説明する方法により、実施例4の基板を作製した。

【0068】

針状アルミナ粒子(長軸120nm、アスペクト比10)およびシリカ粒子(球状粒子、平均粒径30nm)の合計濃度が5質量%である水溶液を準備した。この水溶液に酢酸を添加してPHを4.7に調整し、分散液を調製した。なお、針状アルミナ粒子とシリカ粒子との質量比率は、7:3とした。

【0069】

実施例3と同じ金属板を準備した。実施例1に記載したのと同じ方法を用いて、金属板の表面に絶縁膜を形成した。なお、分散液の液温は30℃に設定し、この分散液に、金属板を60秒間浸漬させて、引き上げ速度0.3m/分で分散液中から金属板を引き上げた。この後、実施例1と同じ条件で乾燥させて厚さ1.0μmの絶縁膜を形成し、さらに焼成を行った。焼成工程の条件も実施例1と同様とした。

【0070】

以上により、膜厚0.8μmの絶縁膜を得た。絶縁膜中のアルミナの含有量は74質量%であった。

【0071】

(比較例1)

以下に説明する方法により、比較例1の基板を作製した。

【0072】

絶縁膜の材料に針状アルミナ粒子を用いず、シリカ粒子(球状粒子、平均粒径20nm)のみを用いたこと以外は、実施例1と同様の方法および条件で基板を作製した。絶縁膜の膜厚は0.4μmであった。

【0073】

(比較例2)

比較例2では、比較例1の基板の製造方法において、乾燥工程の後に、再度塗布工程を行って基板を作製した。絶縁膜の膜厚は0.8μmであった。

【0074】

(比較例3)

以下に説明する方法により、比較例3の基板を作製した。

【0075】

実施例3で説明した絶縁膜の材料において、針状アルミナ粒子に代えて粒状アルミナ粒子(球状粒子、平均粒径80nm)を用いたこと以外は、実施例3と同様の方法および条件で基板を作製した。絶縁膜の膜厚は0.4μmであった。

【0076】

(評価)

実施例および比較例の基板を評価するために、それぞれの基板を用いて、90°曲げ試験、ピンホール試験およびSEM観察を行った。

【0077】

90°曲げ試験では、得られた基板の中央部分に負荷を加えて90°折り曲げ、金属板表面上の絶縁膜が剥離するか否かを評価した。90°曲げ試験は同一サンプルに対して3回行った。

【0078】

ピンホール試験では、金属板表面上の絶縁膜についてJIS-H-8617による耐食性試験(フェロキシル試験)を行った後、絶縁膜上の所定の位置(5mm間隔で、10箇所測定)にテストのテスト棒を当てて電気抵抗を測定した。200Ω超である場合、導通なしと判断し、絶縁膜にピンホールが形成されていない、すなわち、耐食性および絶縁性に優れていると評価した。一方、200Ω以下である場合、導通していると判断し、絶縁

膜にピンホールが形成されていると評価した。

#### 【0079】

絶縁膜の表面をSEM観察した結果、アルミナ粒子およびシリカ粒子が絶縁膜のほぼ全面に分散しており、かつ、アルミナ粒子およびシリカ粒子によって、隙間の少ない緻密な微細構造が形成されている場合、絶縁膜は金属板を均一に被膜していると評価した。

#### 【0080】

(結果)

実施例1～4および比較例1～3の90°曲げ試験、ピンホール試験およびSEM観察の結果ならびに総合評価を下記の表1に示す。なお、総合評価は、曲げ試験、ピンホール試験およびSEM観察の全てにおいて良好な結果が得られた場合、すなわち、90°曲げ試験により絶縁膜の剥離が無く、かつ、ピンホール試験により導通が無く、かつ、SEM観察により金属板表面上に絶縁膜が均一に被膜されていると評価した場合、○であり、これ以外の場合には×である。

#### 【0081】

【表1】

	曲げ試験	ピンホール試験	SEM観察	総合評価
実施例1	剥離なし	導通なし	被膜均一	○
実施例2	剥離なし	導通なし	被膜均一	○
実施例3	剥離なし	導通なし	被膜均一	○
実施例4	剥離なし	導通なし	被膜均一	○
比較例1	剥離あり	導通あり	空隙が観察され、被膜不十分	×
比較例2	剥離あり	導通あり	空隙が観察され、被膜不十分	×
比較例3	剥離あり	導通あり	空隙が観察され、被膜不十分	×

#### 【0082】

表1より、実施例1～4の基板のように針状アルミナ粒子とシリカ粒子との組み合わせを用いて形成された絶縁膜は、金属板から剥離しにくく、耐食性および絶縁性に優れている（絶縁性およびその他の物理的特性に優れている）ことが分かった。さらに、SEM観察により、絶縁膜が金属板表面を均一に被膜していることが分かった。

#### 【0083】

これに対して、比較例1のようにシリカ粒子のみを用いて形成された絶縁膜、または比較例3のように粒状アルミナ粒子とシリカ粒子との組み合わせを用いて形成された絶縁膜では、絶縁性およびその他の物理的特性が劣っていることが分かった。さらに、SEM観察により、粒状粒子の間に空隙が形成されているのが観察された。また、比較例2のようにシリカ粒子のみを用いて形成された膜厚の大きい絶縁膜でも、物理的特性を高くできず、粒状粒子の間の空隙が形成されるのを抑制できないことが分かった。

#### 【0084】

上記の結果より、粒状粒子のみでは、隙間の少ない緻密な微細構造を形成できず、所望の絶縁性およびその他の物理的特性を有する絶縁膜が得られないのに対して、針状アルミナ粒子と粒状粒子との組み合わせを用いて絶縁膜を形成すれば、針状アルミナ粒子および粒状粒子を絶縁膜のほぼ全面に分散させ、かつ、針状アルミナ粒子および粒状粒子によって隙間の少ない緻密な微細構造を形成できることが分かった。また、この針状アルミナ粒子および粒状粒子によって形成される微細な構造により、絶縁膜の絶縁性およびその他の物理的特性を高くできることが分かった。また、粒状粒子のみで絶縁膜を形成した場合、絶縁膜の膜厚を大きくしても、隙間の少ない緻密な微細構造を形成できず、所望の物理的特性を有する絶縁膜が得られないことが分かった。

## 【0085】

## (実施例5)

針状アルミナ粒子の長軸とアスペクト比とを変化させて、4種類のサンプル（サンプル1～4）を作製し、90°曲げ試験、ピンホール試験およびSEM観察を行った。90°曲げ試験、ピンホール試験およびSEM観察の詳細は、上述した通りである。

## 【0086】

この4種類のサンプルはいずれも、絶縁膜の材料として針状アルミナ粒子とシリカ粒子を含む。シリカ粒子には平均粒径30nmの球状粒子を用い、絶縁膜における針状アルミナ粒子とシリカ粒子との含有量の質量比率は7:3となるように設定した。また、ベース基板の金属板には、50mm×50mm×0.2mmの鉄板を用い、鉄板の表面に膜厚0.4μmの絶縁膜を形成した。

## 【0087】

実施例5の曲げ試験、ピンホール試験およびSEM観察の結果ならびに総合評価を下記の表2に示す。

## 【0088】

【表2】

サンプル 番号	針状アルミナ 粒子の長軸 の長さ (nm)	針状アルミナ 粒子の アスペクト比	ピンホール 試験	SEM観察	総合 評価
1	500	10	導通あり	アルミナ粒子とシリカ 粒子とが互いに分離し 、被膜不十分	×
2	400	6	導通あり	アルミナ粒子とシリカ 粒子とが互いに分離し 、被膜不十分	×
3	300	10	導通なし	被膜均一	○
4	100	10	導通なし	被膜均一	○

## 【0089】

表2より、針状アルミナ粒子の長軸サイズおよびアスペクト比が、絶縁膜内に形成される微細構造の形態および絶縁膜の物理的特性に影響を与えることが分かった。

## 【0090】

針状アルミナ粒子の長軸の長さが300nmを超える絶縁膜（サンプル1および2）は、物理的特性が低いことが分かった。また、SEM観察により、サンプル1および2の絶縁膜では、針状アルミナ粒子とシリカ粒子とが互いに分離して、針状アルミナ粒子が凝集した領域と、シリカ粒子が凝集した領域とが形成されていることが分かった。

## 【0091】

これに対して、針状アルミナ粒子の長軸の長さが300nm以下の絶縁膜（サンプル3および4）は、絶縁性およびその他の物理的特性が高いことが分かった。また、SEM観察により、絶縁膜が金属板表面を均一に被膜していることが分かった。

## 【0092】

なお、特に詳細な結果は示さないが、針状アルミナ粒子のアスペクト比も、絶縁膜内に形成される微細構造の形態および絶縁膜の物理的特性に影響を与えることが分かった。針状アルミナ粒子のアスペクト比が小さいとアルミナ粒子の形状が球状に近付くので、隙間の少ない緻密な微細構造を形成できない。

## 【0093】

上記の結果より、針状アルミナ粒子の長軸サイズおよびアスペクト比を適宜調整することにより、アルミナ粒子およびシリカ粒子を絶縁膜のほぼ全面に均一に分散させ、かつ、アルミナ粒子およびシリカ粒子によって隙間の少ない緻密な微細構造を形成できることが分かった。また、このアルミナ粒子およびシリカ粒子によって形成される微細な構造によ

り、絶縁膜の絶縁性およびその他の物理的特性を高くできることが分かった。

#### 【0094】

##### (実施例6)

本実施例では、本発明の基板の耐熱性の評価を行うために、4種類のサンプル（サンプル5～8）を作製した。絶縁膜の焼成温度、または膜厚を変化させて上記4種類のサンプルを作製した。この4種類のサンプルはいずれも、絶縁膜の材料として針状アルミナ粒子とシリカ粒子とを含む。シリカ粒子には平均粒径30nmの球状粒子を用い、針状アルミナ粒子には長軸のサイズ100nm、アスペクト比10のものをを用いた。絶縁膜における針状アルミナ粒子とシリカ粒子との含有量の質量比率は7：3となるように設定した。また、ベース基板の金属板には、50mm×50mm×0.099mmのFeとNiとの合金で形成された金属板を用いた。

#### 【0095】

上記4種類のサンプルを900℃に10分間加熱した後、90°曲げ試験およびピンホール試験を行った。

#### 【0096】

実施例6の曲げ試験、ピンホール試験およびSEM観察の結果、ならびに総合評価を表3に示す。

#### 【0097】

##### 【表3】

サンプル番号	焼成温度(℃)	絶縁膜の膜厚(μm)	曲げ試験	ピンホール試験	SEM観察	総合評価
5	500	0.5	剥離なし	導通なし	被膜均一	○
6	600	0.5	剥離なし	導通なし	被膜均一	○
7	600	0.7	剥離なし	導通なし	被膜均一	○
8	750	0.7	剥離なし	導通なし	被膜均一	○

#### 【0098】

表3より、実施例6のサンプル5～8の基板は、900℃に加熱した後も、高い物理的特性が得られることが分かった。また、900℃に加熱した後も、SEM観察により、絶縁膜が金属板表面を均一に被膜していることが分かった。

#### 【0099】

このことから、実施例6の基板は、900℃以上の耐熱性を有することが分かった。

#### 【産業上の利用可能性】

#### 【0100】

本発明の基板は、様々な電子機器の配線基板に用いられる。本発明の基板は、絶縁性や耐熱性などの物理的特性に優れるので、例えば自動車の制御用基板に用いることができる。

#### 【図面の簡単な説明】

#### 【0101】

【図1】(a)は本発明による実施例の基板の絶縁膜表面の顕微鏡(SEM)写真であり、(b)は(a)に示された構造の模式図である。

【図2】シリカ粒子のみによって形成された絶縁膜の表面の顕微鏡(SEM)写真である。

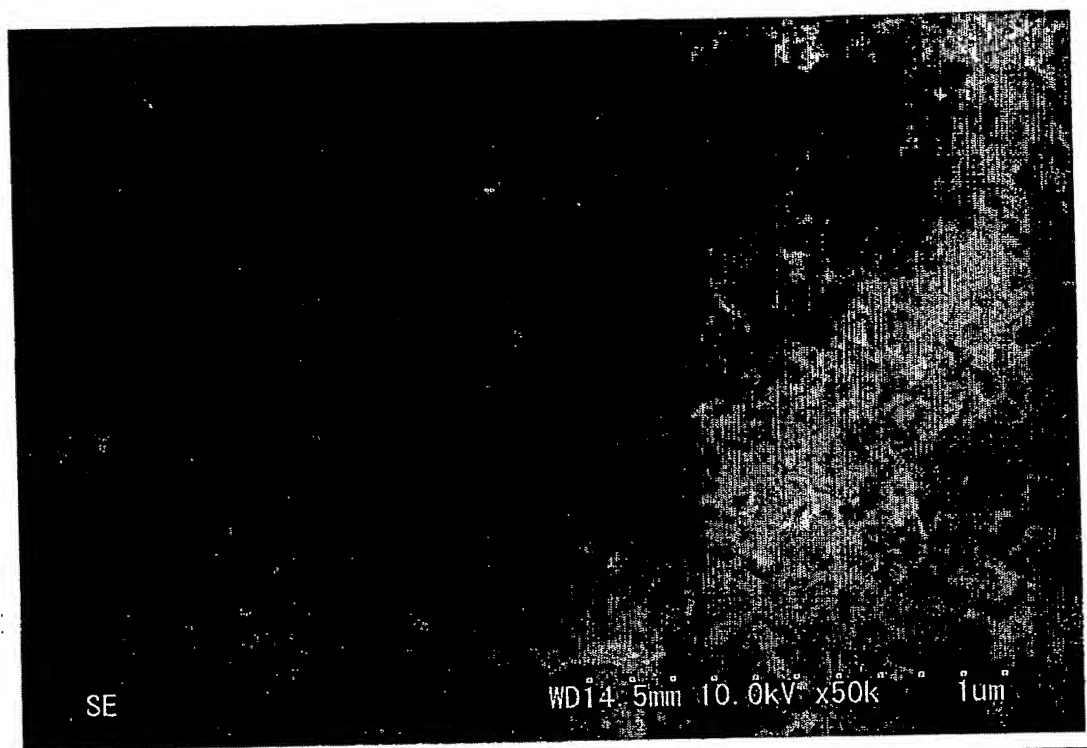
#### 【符号の説明】

#### 【0102】

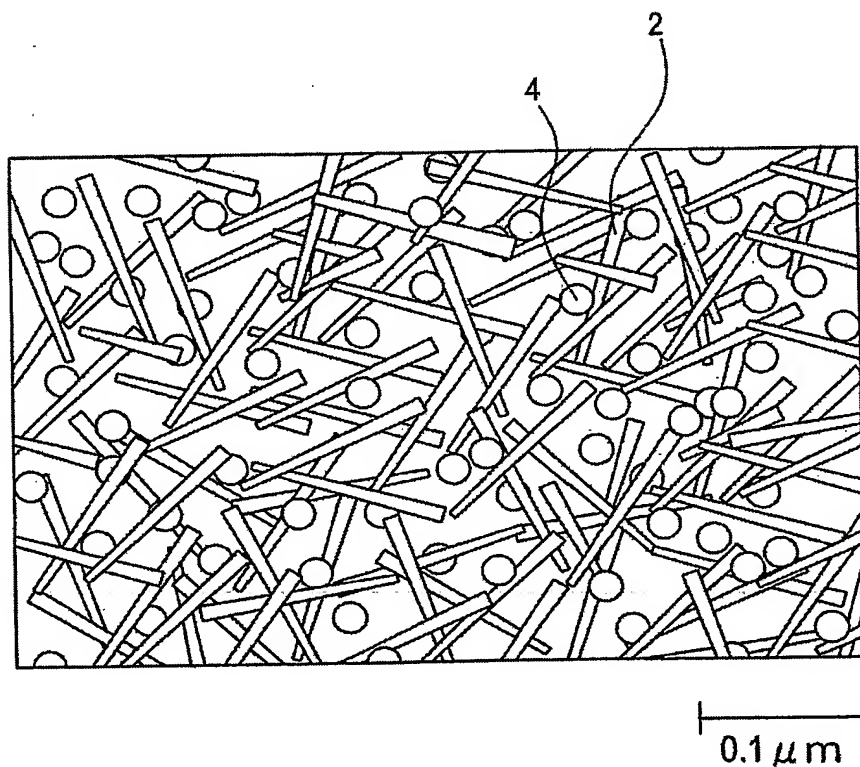
- 2 針状アルミナ粒子
- 4 シリカ粒子

【書類名】 図面  
【図 1】

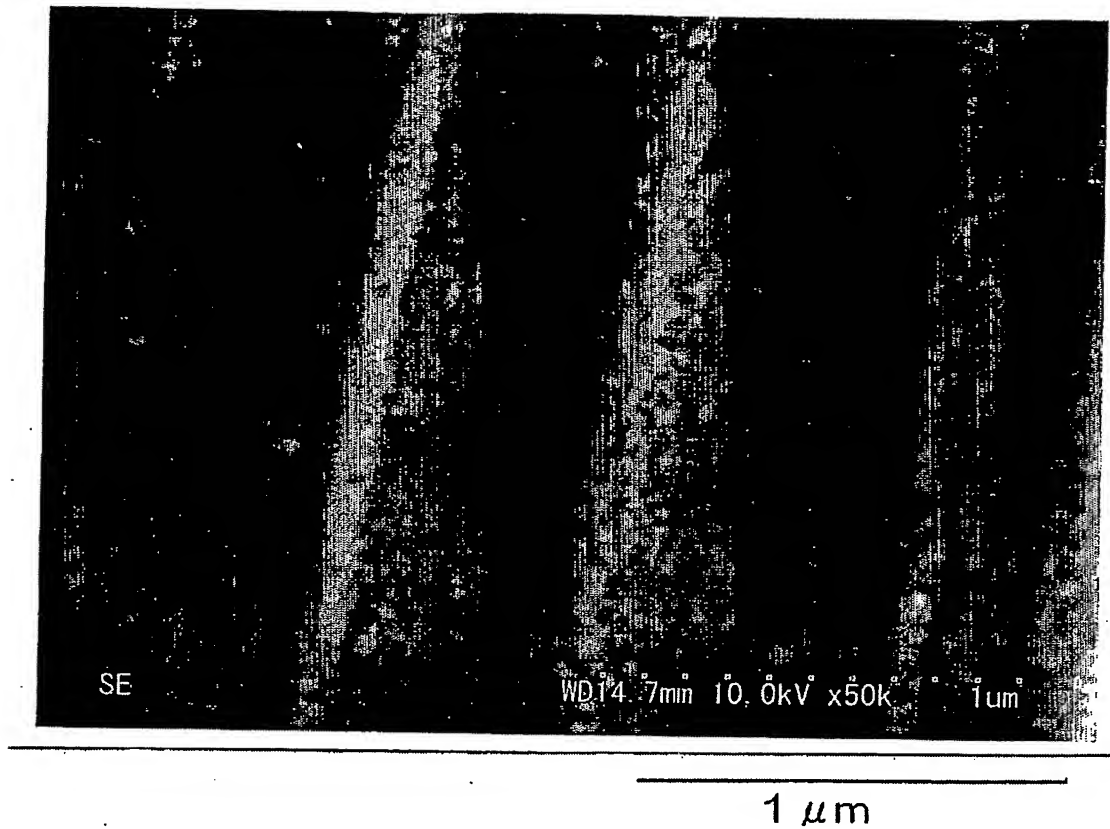
(a)



(b)



【図 2】





【書類名】要約書

【要約】

【課題】工業上、実用的な効率で製造できる、金属板の表面上に絶縁性に優れた無機膜が形成された基板を提供する。

【解決手段】本発明の基板は、金属板と、金属板の表面上に形成された、針状アルミナ粒子および粒状粒子を含む絶縁膜とを有する。

【選択図】図 1

特願 2003-347904

出願人履歴情報

識別番号 [000183417]

1. 変更年月日 1990年 8月13日  
[変更理由] 新規登録  
住 所 大阪府大阪市中央区北浜4丁目7番19号  
氏 名 住友特殊金属株式会社
2. 変更年月日 2004年 4月 1日  
[変更理由] 名称変更  
住 所 大阪府大阪市中央区北浜4丁目7番19号  
氏 名 株式会社NEOMAX